Agilent 7696A サンプル前処理ワークベンチでの 2 mL バイアルからの溶媒揮発の測定

アプリケーションノート

著者

W. Dale Snyder
Agilent Technologies, Inc.
2850 Centerville Road
Wilmington, DE 19808
USA

はじめに

ガスクロマトグラフィによるサンプル分析において、1 つのサンプルバイアルから複数回の注入を行う場合、バイアルセプタムに複数の穿孔ができます。これにより、バイアルからの溶媒揮発が起こります。通常、次の分析までの時間が 1 時間以内であれば、GC 分析の再現性に影響が出ることはありません。しかし、Agilent 7696A サンプル前処理ワークベンチの使用では、セプタムをニードルが貫通する回数は通常よりも多く、最後のサンプルを分析するまでの時間も長くなります。

Agilent 7696A サンプル前処理ワークベンチを使用する際のもう 1 つの問題は、2 mL バイアルから大容量を吸引することで生じるソースバイアル内の真空状態です。例として、0.5 mL の溶媒またはサンプルをソースバイアルから別のバイアルに移動する場合を考察します。吸引回数によってソースバイアルの真空レベルが異なるため、実際に移動する液量も変動し、その結果、再現性が低下してしまいます。この問題を回避する 1 つの方法としてセプタムの中心を外れた位置に小さい穴をあらかじめ開ける方法があります。これにより、真空状態になるのを防ぐことができます。

本アプリケーションノートでは、3 つの異なるセプタム条件下で、室温におけるヘキサン (bp = 70 °C) およびイソオクタン (bp = 100 °C) の揮発速度を測定しました。3 つの条件とは、「穴が開いていない新しいセプタム」、「ニードルが 9 回貫通したセプタム」、「中心を外れた位置に 0.5 mm の穴を開けた新しいセプタム」です。穴が開いていない新しいセプタムの揮発は無視できる程度であったのに対し、ニードルが 9 回貫通したセプタムでは揮発が見られ、中心を外れた位置に 0.5 mm の穴を開けた新しいセプタムでは、これよりもさらに大きい揮発量が確認されました。

Agilent Technologies

実験方法

ハードウェア

バイアル : 2 mL スクリューバイアル、ガラス製 (5182-0714)

セプタムキャップ : PTFE/赤シリコンラバー (5185-5820)

セプタムのタイプ :

A = 穴が開いていない新しいセプタム

B = シリンジニードルが 9 回貫通したセプタム

C = 中心を外れた位置に 0.5 mm の穴を開けた新しいセプタム

タイプ B は、GC の注入で穿孔が生じたセプタムです。タイプ C は、真鍮製チューブ (外径 1/16 インチ、内径 0.035 インチ) の小型「コルクボーラ」(エッジがシャープになるように磨かれている) で約 0.5 mm の穴を開けたものです。

15 組の空バイアルとキャップを計量しました。その内訳は、タイプ A のセプタム 5 本、タイプ B のセプタム 5 本、タイプ C のセプタム 5 本です。各バイアルに約 1 mL の溶媒を分注後、再計量を行い、Agilent 7696 サンプルトレイに配置しました。室温 (23 °C) 下に置き、24 時間後と 96 時間後にバイアルの再計量を行いました。

結果

3 つのセプタムタイプにおける 1 時間あたりのヘキサンの損失率 (%) は以下のとおりです。

A = 0

B = 0.3

C = 0.9

3 つのセプタムタイプにおける 1 時間あたりのイソオクタンの損失率 (%) は以下のとおりです。

A = 0

B = 0.1

C = 0.3

表 1 に、3 つのセプタムタイプにおけるバイアルからの平均揮発率を示します。

結論

このデータにより、溶媒揮発がサンプル前処理に与える影響がわかります。許容可能な揮発量は、ユーザーが使用するメソッドや前処理する最初と最後のサンプルの時間差に基づいて決定します。真空状態になるのを防ぐための穴がセプタムに必要な場合、メソッドの早い段階で液体を移動する必要があります。また、大量の揮発が起こる前にバイアルに再び蓋ができるように、メソッドを 2 つ以上に分ける必要がある場合もあります。

表 1. 異なる 3 つのセプタムタイプにおけるバイアルからの平均揮発率

溶媒 : ヘキサン、bp = 70 °C

セプタム :	A		B		C	
経過時間 :	**損失率**	**損失率/時間**	**損失率**	**損失率/時間**	**損失率**	**損失率/時間**
24 時間	0.00	0.00	7.27	0.30	21.06	0.88
96 時間	0.03	0.00	29.21	0.30	84.55	0.88

溶媒 : イソオクタン、bp = 100 °C

セプタム :	A		B		C	
経過時間 :	**損失率**	**損失率/時間**	**損失率**	**損失率/時間**	**損失率**	**損失率/時間**
24 時間	0.12	0.01	2.74	0.11	6.84	0.29
96 時間	0.65	0.01	11.38	0.12	28.26	0.29

A : 穴が開いていない新しいセプタム
B : 9 回ニードルが貫通したセプタム
C : 中心を外れた位置に 0.5 mm の穴を開けた新しいセプタム

www.agilent.com/chem/jp

アジレントは、本文書に誤りが発見された場合、また、本文書の使用により付随的または間接的に生じる損害について一切免責とさせていただきます。

本文書に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更されることがあります。著作権法で許されている場合を除き、書面による事前の許可なく、本文書を複製、翻案、翻訳することは禁じられています。

アジレント・テクノロジー株式会社
© Agilent Technologies, Inc., 2010
Printed in Japan
November 10, 2010
5990-6846JAJP

Agilent Technologies